

10 0000 101

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 03028299
PUBLICATION DATE : 06-02-91

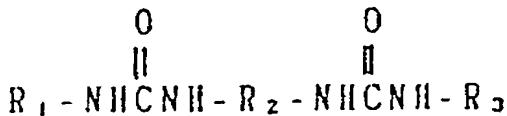
APPLICATION DATE : 27-06-89
APPLICATION NUMBER : 01162703

APPLICANT : KYODO YUSHI KK;

INVENTOR : SHIBAYAMA ATSUSHI;

INT.CL. : C10M169/02 // (C10M169/02 ,
C10M105:18 , C10M115:08) C10N
40:02 C10N 40:06

TITLE : UREA GREASE COMPOSITION



ABSTRACT : PURPOSE: To provide a grease compsn. with a long life at high temp. and excellent in noise reduction by compounding a specified amt. of a specified diurea compd. as a thickening agent in a base oil wherein an alkyldiphenyl ether is an essential component.

CONSTITUTION: A base oil is prep'd. by compounding an alkyldiphenyl ether obtd. by the addition reaction of diphenyl ether with a 10-22C α -olefin as an essential component and, if necessary, a mineral oil and an ester type synthetic oil. A grease compsn. is prep'd. by compounding 2-25wt.% diurea compd. of the formula (wherein R₂ is a 6-15C arom. hydrocarbon group; R₁ and R₃ are each 8-18C linear alkyl and the content of 8C alkyl in R₁ and R₃ is 60-100mol%) as a thickening agent in this base oil. The compd. of the formula is obtd. by reacting a diisocyanate (e.g. 2,4-tolylene diisocyanate) with a monoamine (e.g. n-octylamine).

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

?fam jp03028299/pn

1/1 PLUSPAT - (C) QUESTEL-ORBIT- image

CPIM (C) JPO

PN - JP3028299 A 19910206 [JP03028299]
JP2728736 B2 19980318 [JP2728736]

TI - (A) UREA GREASE COMPOSITION

PA - (A) KYODO YUSHI

PAO - (A) KYODO YUSHI KK

IN - (A) ENDO TOSHIAKI; SHIBAYAMA ATSUSHI

AP - 1989JP-0162703 19890627

PR - 1989JP-0162703 19890627

IC - (A) C10M-105:18 C10M-115:08 C10M-169/02 C10M-169/02 C10N-040:02
C10N-040:06

AB - (JP03028299)

PURPOSE: To provide a grease compsn. with a long life at high temp. and excellent in noise reduction by compounding a specified amt. of a specified diurea compd. as a thickening agent in a base oil wherein an alkyldiphenyl ether is an essential component.

- CONSTITUTION: A base oil is prep'd. by compounding an alkyldiphenyl ether obtd. by the addition reaction of diphenyl ether with a 10-22C α -olefin as an essential component and, if necessary, a mineral oil and an ester type synthetic oil. A grease compsn. is prep'd. by compounding 2-25wt.% diurea compd. of the formula (wherein R₂ is a 6-15C arom. hydrocarbon group; R₁ and R₃ are each 8-18C linear alkyl and the content of 8C alkyl in R₁ and R₃ is 60-100mol%) as a thickening agent in this base oil. The compd. of the formula is obtd. by reacting a diisocyanate (e.g. 2,4-tolylene diisocyanate) with a monoamine (e.g. n-octylamine).

- COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

** Result [Patent] ** Format(P802) 29.Aug.2003 1/ 1

Application no/date: 1989-162703[1989/06/27]

Date of request for examination: [1996/06/20]

Public disclosure no/date: 1991- 28299[1991/02/06]

Examined publication no/date (old law): []

Registration no/date: 2728736[1997/12/12]~~EXAMINER~~

Examined publication date (present law): [1998/03/18]

PCT application no

PCT publication no/date []

Title of invention: UREA GREASE COMPOSITION

Applicant: KYODO YUSHI CO LTD

Inventor: ENDO TOSHIAKI,SHIBAYAMA ATSUSHI

IPC: C10M169/02 (C10M169/02 C10M105:18

C10M115:08) #C10N 40:02 #C10N 40:06

FI: C10M105:18 C10M115:08 C10N 40:02 |

C10N 40:06 | C10M169/02 C10N 40:06

F-term: 4H104BB08A,BE13B,LA04,LA20,PA01,QA18

Expanded classification: 146,222

Fixed keyword:

Citation:

Priority country/date/number: ()[]()

Classification of examiners decision/date: (decision of registration(allowance)) [1997/11/11]

Final examinational transaction/date: (registration) [1997/12/12]

Examination intermediate record:

(A63 1989/ 6/27,PATENT APPLICATION UTILITY MODEL REGISTRATION APPLICATION,14000:)

(A23 1989/ 7/21,NOTICE OF APPLICATION NUMBER, :)

(A523 1989/ 7/31,WRITTEN AMENDMENT, :)

(A621 1996/ 6/20,WRITTEN REQUEST FOR EXAMINATION,87000:)

(A01 1997/11/11,DECISION TO GRANT A PATENT DECISION OF REGISTRATION, :)

(A61 1997/12/ 4,PAYMENT OF ANNUAL FEE, :)

*** Trial no/date [] Kind of trial [] ***

Demandant: -

Defendant: -

Opponent: -

Classification of trial decision of opposition/date: () []

Final disposition of trial or appeal/date: () []

Trial and opposition intermediate record:

Registration intermediate record:

(R01 1997/11/11,A NOTICE OF DECISION OF REGISTRATION, :01)

(R100 1997/12/ 4,A WRITTEN PAYMENT FOR ESTABLISHMENT, :01)

(R150 1997/12/19,A REGISTRATION CERTIFICATE, :01)

(R20 2000/10/ 5,A WRITTEN ANNUITY PAYMENT, :02)

(R280 2000/12/ 5,A WRITTEN ORDER OF PAYMENT SUPPLEMENT (ANNUITY), :02)

(R21 2000/12/ 6,A WRITTEN ANNUITY PAYMENT (SUPPLEMENTAL), :02)

(R250 2000/12/26,A RECEIPT OF ANNUITY PAYMENT (INSTALLMENT PAYMENT), :02)

(R20 2001/10/25,A WRITTEN ANNUITY PAYMENT, :03)

(R250 2001/11/13,A RECEIPT OF ANNUITY PAYMENT (INSTALLMENT PAYMENT), :03)

(R20 2002/11/15,A WRITTEN ANNUITY PAYMENT, :04)

(R250 2002/12/ 3,A RECEIPT OF ANNUITY PAYMENT (INSTALLMENT PAYMENT), :04)

Amount of annuities payment: 6years year

Lapse date of right: []

Proprietor: 13-KYODO YUSHI CO LTD

⑫公開特許公報(A) 平3-28299

⑬Int.Cl.⁵
 C 10 M 169/02
 //C 10 M 169/02
 105:18
 115:08)
 C 10 N 40:02
 40:06

識別記号 厅内整理番号
 8217-4H

⑭公開 平成3年(1991)2月6日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑮発明の名称 ウレアグリース組成物

⑯特願 平1-162703
 ⑰出願 平1(1989)6月27日

⑱発明者 遠藤敏明 神奈川県藤沢市大庭5142 湘南ライフタウン内148-2-2

⑲発明者 柴山淳 神奈川県横浜市港南区笹下3-26-7

⑳出願人 協同油脂株式会社 東京都中央区銀座2丁目16番7号

㉑代理人 弁理士 杉村暁秀

明細書

1. 発明の名称 ウレアグリース組成物

2. 特許請求の範囲

1. アルキルジフェニルエーテル油を必須成分とする基油に、増ちょう剤として次の一般式



(式中のR₂は、炭素数6~15の芳香族系炭化水素基、R₁およびR₃は、炭素数8および18の直鎖アルキル基であって、R₁およびR₃中に占める炭素数8の該アルキル基の割合は、60ないし100モル%である)

で表わされるジウレア化合物を2ないし25重量%配合したことを特徴とするグリース組成物。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

近年の機械技術の進歩は著しく、機械部品の小型化、軽量化および高効率化による軸受の高速化が進み、潤滑箇所が高温となる傾向がある。また、

一方では、軸受回転時の騒音が問題となっている。本発明は、このような高温下で長寿命を有し、かつ、低騒音特性に優れたウレアグリース組成物に関するものである。

(従来の技術)

このような高温条件下では、基油に合成油を使用したウレアグリースが使用されている。例えば、本出願人による特願昭63-86631号では、合成油にアルキルジフェニルエーテル油を用いたウレアグリースで、高温下で長寿命を可能としている。

ウレアグリース以外では、増ちょう剤にポリテトラフルオロエチレン等の粉体を使用したコンパウンドも耐熱性に優れた潤滑剤であり、本出願人による特願昭63-164868号などが挙げられる。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、これらの合成基油のウレアグリースおよびコンパウンドは、耐熱性に優れてはいるものの低騒音性は必ずしも満足されていない。この低騒音性は、家庭電気製品のモーターのみならず、乗りこごちの良さを要求される自動車のモ

ーター類にも必須の条件とされつつある。

従って、これら的要求に応えるために高温条件下で長寿命を有し、かつ、低騒音性に優れるグリースを提供することが課題となる。

(課題を解決するための手段)

本発明は、高温下で長寿命を有し、かつ低騒音性を兼ね備えるグリースを得るべく鋭意検討の結果達成されたもので、アルキルジフェニルエーテル油を必須成分とする基油に、増ちょう剤として次の一般式



(式中のR₂は、炭素数6～15の芳香族系炭化水素基、R₁およびR₃は、炭素数8および18の直鎖アルキル基であって、R₁およびR₃中に占める炭素数8の該アルキル基の割合は、60ないし100モル%である)

で表わされるジウレア化合物を2ないし25重量%配合したことを特徴とするグリース組成物に関するものである。

本発明に用いられるアルキルジフェニルエーテル油は、ジフェニルエーテル1モルと、炭素数10～22のα-オレフィン1～3モルの付加反応により得られ、α-オレフィンの炭素数、使用モル数によって性状は異なるが、無色から黄色透明液体であり、それ自体公知物質である。アルキルジフェニルエーテル油に関しては、特公昭51-44263号公報にアルキルジフェニルエーテル油を必須成分とするロータリーポンプ油、特公昭52-1722号公報に耐海水性作動油、特公昭52-24628号公報に拡散ポンプ油、特公昭58-22515号公報に高温下で使用されるチェーン用潤滑油が開示されている。本発明には、アルキルジフェニルエーテル油の含有量は特に限定しないが、高速回転条件下で、長寿命を有するグリースを得る為に、好ましくは、基油に対して50重量%以上を含有させる必要があり、併用できる基油は、例えば鉛油、およびジエステル、テトラエステルに代表されるエステル系合成油、およびポリ-α-オレフィンに代表される合成炭化水素油である。

また、増ちょう剤として用いられる式(1)で表わされるジウレア化合物は、通常、ジイソシアネートとモノアミンの反応で得られるもので、本発明においては、式(1)中のR₁およびR₃は、炭素数8および18の直鎖アルキル基であって、R₁およびR₃中に占める炭素数8の該アルキル基の割合は、60ないし100モル%であるが、このようにする理由は、60モル%未満では、せん断安定性および耐熱性に劣り、軸受からの漏洩が大きく、長時間の使用に耐えないからである。上記反応後にR₂となるジイソシアネートとしては、2,4-トリレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート、ナフチレン1,5-ジイソシアネートおよび、これらの混合物であり、R₁、R₃となる炭素数8および18の直鎖アミンは、n-オクチルアミンおよび、n-オクタデシルアミンである。

上記ジウレア化合物の配合量は、該グリースに対して2ないし25重量%であるが、2重量%未満では、得られるグリースは流動状であり、また25

重量%を超えると固体化してしまうため、いずれも軸受等を潤滑するグリースとして適さない。

また、本発明のグリース組成物には、必要に応じて、酸化防止剤、防錆剤、極圧剤、耐摩耗剤、油性剤、固体潤滑剤等の添加剤を添加することが出来る。

(作用)

本発明に使用したアルキルジフェニルエーテル油は、高温下で充分な粘度を有し、鉛油および従来の合成油、すなわち、エステル油やポリ-α-オレフィン油より高温下での蒸発が少なく、また酸化安定性に優れスラッジの生成も少ない。このため、本発明によるグリース組成物は、これらの鉛油および従来の合成油を基油としたグリースに比べ高温下で長寿命を有する。しかしながら、単に、基油にアルキルジフェニルエーテル油を使用しただけでは、この長寿命性能は得られず、増ちょう剤との有効な組み合せが重要となる。例えば、耐熱型の代表的増ちょう剤である有機化ペントナイトを使用した場合は、この長寿命性能は得

られない。

また、本発明による以外のウレア化合物および、ポリテトラフルオロエチレンを増ちょう剤としたグリースは、高温下で長寿命を有するが、もう一方の要求性能である低騒音性を満足しない。

この、騒音発生は、グリースの増ちょう剤の種類に大きく依存する事が知られているが、本発明によるウレア化合物を増ちょう剤とした該グリースは、低騒音性に優れている。この低騒音性に優れる理由は、確たる証拠はないが、増ちょう剤粒子形態に依存するものと考えられる。

グリースは、この増ちょう剤粒子の構成する三次元的網目構造中に油を毛細管力で保持し、半固体状を維持している。これらの増ちょう剤粒子は結晶であり、増ちょう剤の種類により様々な形態をとる。本発明による該グリースの増ちょう剤粒子は、その構造が第1図の電子顕微鏡写真（倍率6000倍）に示すように、薄く細長いリボン状の結晶形態をとるのに対し、例えば、特願昭63-86631号明細書に示されるようなグリースの増ちょう剤

がウレア基の末端が芳香族主体のものは増ちょう剤粒子の構造が第2図の電子顕微鏡写真（倍率6000倍）に示すように厚く短い板状粒子あるいは、この集合体といった結晶形態をとる。グリースが軸受に使用された場合、これら増ちょう剤粒子も潤滑部に介入するが、薄い粒子は容易に切断され易いのに対し、厚い結晶粒子は破断されにくく、軸受に振動を与える。この振動がすなわち騒音であり、よって、本発明による増ちょう剤組成のグリースは、低騒音性に優ると考えられる。

以上より、本発明による該グリース組成物は、高温下で長寿命を有し、かつ、低騒音特性に優れる事を満足ならしめた。以下に実施例にて具体的に説明する。

(実施例)

以下、本発明を実施例および比較例により具体的に説明する。尚、各実施例および比較例において、表1および2に示す配合成分に基づいてグリースを製造し、次に示す方法により、物性および性能を評価した。

(イ) 混和ちょう度…JIS K 2220による。

(ロ) 軸受音響試験…アンデロンメーターにより試験した。

試験条件：軸受 608、回転数 1800rpm
スラスト荷重 2kg
グリース充填量 0.35ml
評価：ノイズ数、アンデロンレベルの結果より点数(100点満点)で示す。

(ハ) 軸受潤滑寿命試験…ASTM D 1741 による。
但し、試験温度は150℃とした。

実施例1～4および比較例1～8

反応容器に、表1に示す基油の半量とモノアミン全量をとり、70～80℃に加温した。別容器に、基油半量とジイソシアネート全量をとり70～80℃に加温し、これを反応容器に加え攪拌した。発熱反応の為、反応物の温度は上昇するが、約30分間この状態で攪拌を続け、反応を充分に行なった後、昇温し、170～180℃で30分間保持し冷却した。

これを3段ロールミルで混練し、目的のグリースとした。

比較例9

表3に示すアルキルジフェニルエーテル油全量に、有機化ペントナイト全量をとり、室温にてよく攪拌したあとアセトンを30.0g加え、60℃まで加熱・攪拌を続け、冷却した。これを3段ロールミルで混練し、目的のグリースとした。

比較例10

表3に示すアルキルジフェニルエーテル油全量に、ポリテトラフルオロエチレン全量をとり、室温にてよく攪拌した。これを3段ロールミルで混練し、目的のグリースとした。

尚、実施例および比較例に示されるアルキルジフェニルエーテル油は、40℃の動粘度が97.0cSt、粘度指数124、引火点 286℃の性状を有するものを使用した。また、ペンタエリスリトールエステル油、ポリ-α-オレフィン油は、各々、40℃の動粘度が29.6cSt、46.0cSt、粘度指数が124、135、引火点が 254℃、285℃の性状を有するものを使用した。

表二 1 実施例1～4

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
基 油 (g)		アルキルジフェニルエーテル油 1760.0 ——	アルキルジフェニルエーテル油 1790.0 ——	アルキルジフェニルエーテル油 880.0 ポリ- α -オレフィン油 880.0	アルキルジフェニルエーテル油 895.0 ポリ- α -オレフィン油 895.0
ジイソシアネート (g)		ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 118.1	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 84.7	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 118.1	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 88.6
モノアミン (g)	n-オクチルアミン	121.9	52.4	121.9	64.1
	n-オクタデシルアミン	——	72.9	——	57.3
(1)式中のR ₁ およびR ₂ 中に占める炭素数8のアルキル基の割合(モル%)		100	60	100	70
グリースに対するジウレア化合物の配合量(重量%)		12.0	10.5	12.0	10.5
混和ちょう度 25°C		260	251	255	250
軸受音響(点)		79	84	78	82
軸受潤滑寿命(h)		2020	1340	1580	1200

表二 2 比較例1～8

		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
基 油 (g)	並 油 1760.0	ベンタエリスリトルエステル油 1700.0	ポリ- α -オレフィン油 1760.0	アルキルジフェニルエーテル油 1760.0	アルキルジフェニルエーテル油 1520.0	
ジイソシアネート (g)	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 118.1	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 147.6	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 118.1	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 85.2	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 275.2	
モノアオン (g)	n-オクチルアミン 121.9	n-オクチルアミン 152.4	n-オクチルアミン 121.9	n-オクチルアミン 26.4	アニリン	
	——	——	——	n-オクタデシルアミン 128.4	——	
(1)式中のR ₁ およびR ₂ 中に占める炭素数8のアルキル基の割合(モル%)	100	100	100	30	0	
グリースに対するジウレア化合物の配合量(重量%)	12.0	15.0	12.0	12.0	24.0	
混和ちょう度 25°C	265	272	251	258	260	
軸受音響(点)	77	78	68	84	28	
軸受潤滑寿命(h)	320	240	800	280	2000	

表-2 比較例1~8(続き)

	比較例6	比較例7	比較例8
基油(g)	アルキルジフェニルエーテル油 1720.0	アルキルジフェニルエーテル油 1964.0	アルキルジフェニルエーテル油 1480.0
ジイソシアネート(g)	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 156.3	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 17.7	ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート 255.9
モノアオン(g)	シクロヘキシアミン 123.7	n-オクチルアミン 18.3	n-オクチルアミン 264.1
	—	—	—
(1)式中のR ₁ およびR ₂ 中に占める炭素数8のアルキル基の割合(モル%)	0	—	—
グリースに対するジウレア化合物の配合量(重量%)	14.0	1.8	26.0
混和温度 25°C	252	440< (流動状)	固体状につき 製造不能
軸受音響(点)	22	試験不能	—
軸受潤滑寿命(h)	1600	試験不能	—

実施例に示すように、本発明のグリースは、150°CでのASTM D 1741 軸受潤滑寿命試験において、いずれも1200h以上 の長寿命を有し、かつアンデロンメーターによる軸受音響試験では、75点以上の高得点を得、低騒音性に優れていた。

比較例1~3では、アルキルジフェニルエーテル油以外の基油を使用したが、いずれも短寿命であった。特に、エステル油を使用したものが短かい。これは、エステル油と増ちょう剤の親和性が良いため、グリースが試験中に軟化し、軸受から漏洩したことが原因と推察される。また、比較例4も短寿命であった。これは(1)式中のR₁およびR₂中に占める炭素数8のアルキル基の割合が30%と少なく、炭素数18のアルキル基の割合が多いため、せん断安定性、耐熱性に劣り、このためグリースが軸受から漏洩したことが原因と考えられる。比較例5、6は(1)式中のR₁およびR₂が各々芳香族、脂環式の例であるが、高温、軸受潤滑寿命には優れているものの、音響試験では劣っている。増ちょう剤としての含有量が2重量%未満および25重

量%を超える場合の結果を各々比較例7、8に示す。2重量%未満では流動状であり、軸受に充填してもすぐに漏洩するため試験不能であり、25重量%を超えると製造中で硬くなりすぎ、搅拌不能となり、目的グリースを得られなかった。

また、ウレア化合物以外の高温型増ちょう剤すなわち、有機化ペントナイト及びPTFEを使用した比較例9、10ではいずれも音響特性に劣っており特に有機化ペントナイトの使用では、高温寿命も達成し得なかった。

(発明の効果)

以上の説明から明らかなように、本発明のグリース組成物は、アルキルジフェニルエーテル油を必須成分とする基油に、特定のジウレア化合物を特定量配合したことにより、高温下で長寿命を有し、かつ低騒音特性に優れるという効果が得られる。

4. 図面の簡単な説明

第1図および第2図はそれぞれ本発明のグリースおよび特願昭63-86631号明細書に記載されてい

第1図

るグリースの増ちょう剤粒子の粒子構造を示す倍率6000倍の電顕鏡写真である。

特許出願人 協同油脂株式会社

代理人 弁理士 杉 村 晓 秀

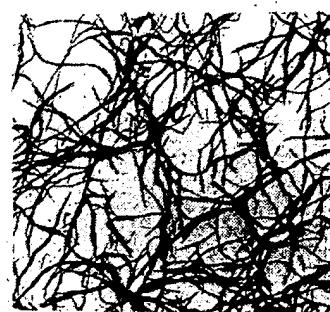
同 弁理士 杉 村 興 作

同 弁理士 佐 藤 安 徳

同 弁理士 富 田 典

同 弁理士 梅 本 政 夫

同 弁理士 仁 平 孝



(x6000)

第2図



(x6000)

手 続 補 正 書

平成元年7月31日

特許庁長官 吉 田 文 裕 殿

1. 事件の表示

平成1年特許願 第162703号

2. 発明の名称

ウレアグリース組成物

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 協同油脂株式会社

4. 代理人

住所 東京都千代田区霞が関三丁目2番4号
霞山ビルディング7階 電話(581)2241番(代表)氏名 (5925)弁理士 杉 村 晓 秀
*理社
主考
EP
印*

住所 同 所

氏名 (7205)弁理士 杉 村 興 作
*理社
主考
EP
印*

5. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

6. 補正の内容(別紙のとおり)

1. 明細書第14頁冒頭に下記の「表-3」を加入する。

「表-3 比較例9・10」

	比較例 9	比較例 10
基油(g)	アルキルジフェニルエーテル油 1760.0	アルキルジフェニルエーテル油 1300.0
増ちょう剤(g)	有機化ペントナイト 240.0	ポリテトラフルオロエチレン 700.0
混和ちょう度 25℃	270	268
軸受音響(点)	10	5
軸受潤滑寿命(h)	560	2800

